

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-080299

(43)Date of publication of application : 21.03.2000

(51)Int.Cl.

C09B 67/46
C09B 67/20

(21)Application number : 10-251704

(71)Applicant : TOYO INK MFG CO LTD

(22)Date of filing : 07.09.1998

(72)Inventor : ITABASHI MASASHI
HARA YOSHIO

(54) PRODUCTION OF AQUEOUS DISPERSION OF PIGMENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing an aqueous dispersion of a pigment, having fluidity and storage stability, luster of a film, clarity, coloring power, and the like same as an oil paint and an oil-based ink.

SOLUTION: This method for producing the aqueous dispersion of a pigment comprises (1) a step for making a solid chip by kneading a pigment with a water-soluble resin or a water-dispersible resin having $\geq 0^{\circ}$ C Tg, if necessary, with water and/or a water-miscible organic solvent by twin rolls, (2) a step for dispersing a solid chip in the aqueous medium, and (3) a step for further dispersing the obtained dispersing elements by a media type disperser.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

03.06.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

*** NOTICES ***

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The manufacture approach of the watercolor pigment dispersing element characterized by including a pigment, the water soluble resin beyond Tg0 degree C or water-dispersion resin, the process (1) that kneads water and/or a water miscibility organic solvent with 2 rolls if needed, and is considered as a solid chip, and the process (2) which distributes this solid chip to an aqueous medium.

[Claim 2] The manufacture approach of a watercolor pigment dispersing element including the process (3) which distributes further the dispersing element obtained at the process (2) by the media mold disperser according to claim 1.

[Claim 3] The manufacture approach of a watercolor pigment dispersing element according to claim 1 or 2 that resin is water-soluble acrylic resin.

[Claim 4] claims 1-3 by which a process (1) or (2) are performed to the bottom of existence of a basic organic-coloring-matter derivative -- either -- the manufacture approach of the watercolor pigment dispersing element a publication.

[Claim 5] claims 1-4 by which a process (2) is performed to the bottom of existence of an alkali compound -- either -- the manufacture approach of the watercolor pigment dispersing element a publication.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the manufacture approach of the watercolor pigment dispersing element which raised the activity fitness of aquosity printing ink or a water paint.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, aquosity-ization of a coating and ink is advancing by rise of needs, such as improvement in the stability of resource protection, environmental protection, and an activity. The quality required of a water paint and water color ink is the same fluidity as an oil paint and oil based ink, storage stability, the gloss of a coat, clear nature, tinting strength, etc. However, since most pigments are remarkably inferior in fitness, such as pigment dispersibility over an aquosity vehicle, compared with an oily case, satisfactory quality is not acquired by the usual distributed approach. Then, conventionally, although the activity of various kinds of additives, for example, the pigment-content powder resin for aquosity and a surfactant, has been considered, what is equal to the oil paint or oil based ink which satisfies the fitness of all above and has the existing high quality is not obtained. The grace it is satisfied with especially the field as which detailed-ization of a pigment like an ink jet or an automobile coating is required of grace enough is not acquired.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention improves the aforementioned various faults and offers the manufacture approach of a watercolor pigment dispersing element of having the same fluidity as an oil paint and oil based ink, storage stability, the gloss of a coat, clear nature, tinting strength, etc.

[0004]

[Means for Solving the Problem] That is, this invention kneads water and/or a water miscibility organic solvent with 2 rolls a pigment, the water soluble resin beyond Tg0 degree C or water-dispersion resin, and if needed, and relates to the manufacture approach of the watercolor pigment dispersing element characterized by including the process (1) considered as a solid chip, and the process (2) which distributes this solid chip to an aquosity medium.

[0005] Furthermore, this invention relates to the manufacture approach of a watercolor pigment dispersing element including the process (3) which distributes further the dispersing element obtained at the process (2) by the media mold disperser according to claim 1. Furthermore, this invention relates to the manufacture approach of a watercolor pigment dispersing element according to claim 1 or 2 that resin is water-soluble acrylic resin. furthermore, the claim by which, as for this invention, a process (1) or (2) are performed to the bottom of existence of a basic organic-coloring-matter derivative -- it is related with the manufacture approach of the watercolor pigment dispersing element a publication one to 3 either. furthermore, the claim by which, as for this invention, a process (2) is performed to the bottom of existence of an alkali compound -- it is related with the manufacture approach of the watercolor pigment dispersing element a publication one to 4 either.

[0006]

[Embodiment of the Invention] This invention is explained to a detail below. As a pigment used by this invention, for example Fusibility and insoluble azo pigment, Azo pigment, such as a disazo condensation pigment, phthalocyanine pigment, the Quinacridone system pigment, An isoindolinone system pigment, a perylene peri non system pigment, a dioxazine system pigment, An anthraquinone system pigment, a diketopyrrolopyrrole pigment, an ANSURA pyrimidine system pigment, There are inorganic pigments, such as organic pigments, such as an anthanthrone pigment, an indan SURON system pigment, a flavan SURON system pigment, and a thioindigo system pigment, carbon black, titanium oxide, the chrome yellow, cadmium yellow, cadmium red, rouge, iron black, a zinc white, Berlin blue, and ultramarine blue.

[0007] As the water soluble resin used by this invention, or water-dispersion resin (only henceforth [it names generically and] resin), there is resin, such as an acrylic copolymer, a styrene-acrylic-acid system copolymer, a styrene-maleic-acid system copolymer, an alkyd system, an epoxy system, a polyester system, an urethane system, and a cellulose type, for example. Especially, the water soluble resin of the point of workability to an acrylic copolymer is desirable.

[0008] Moreover, 0 degree C or more of 0–60 degree C of Tg(s) of resin are 15–40 degrees C more preferably. If it is less than 0 degree C, a uniform sheet cannot be obtained at the time of 2 roll kneading distribution, it is inferior to workability and what has good quality cannot be obtained.

[0009] the aqueous medium used for this invention — water — although it may be independent, you may make it mix with water miscibility organic solvents, such as alcohols solvents, such as ethyl alcohol, isopropyl alcohol, n-propyl alcohol, and n-butanol, and monochrome of ethylene glycol or a diethylene glycol or the dialkyl ether, to 50 % of the weight in an aqueous medium depending on the case

[0010] In this invention, the 5 – 100 weight section of resin is desirable to the pigment 100 weight section, and the loadings of the pigment in a process (1) and resin have especially desirable 10 – 40 weight section. The effectiveness to have used even if the effectiveness of distributing a pigment was small, and it was not desirable since workability was also bad and the loadings of resin increased more than the above-mentioned numeric value, when there were few loadings of resin than the above-mentioned numeric value is not acquired.

[0011] It is desirable to add water and/or a water miscibility organic solvent in a process (1) in this invention. Furthermore, as for the water and/or the water miscibility organic solvent which were added at the process (1), remaining in a solid chip is desirable, and the nonvolatile matter of a solid chip has 80 – 98 desirable % of the weight in this case. While paint film quality is inferior since the arbitrary-decision force at the time of 2 roll kneading is inadequate when the nonvolatile matter of a solid chip is smaller than 80 % of the weight, they are a lifting and a cone about problems, such as fixing, at the time of solid chip preservation. Moreover, when the nonvolatile matter of a solid chip is larger than 98%, in a process (2), the dispersibility to the aqueous medium of a solid chip is inferior, and a non-distributed big and rough particle tends to cause deterioration of paint film quality.

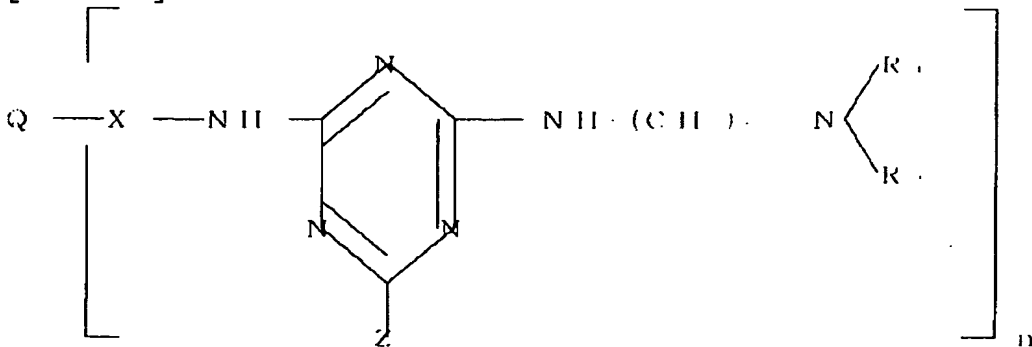
[0012] as the aqueous medium used at the process (2) in this invention — water — although it is good, distribution becomes easy and is desirable when little addition of an alkali compound or the water miscibility organic solvent is carried out. As an alkali compound, the inorganic base nature matter represented by various organic amine compounds, such as monomethylamine, dimethylamine, a trimethylamine, ethylamine, diethylamine, triethylamine, 2-aminoethanol, 2-dimethylamino ethanol, and 2-diethylamino ethanol, ammonia, the sodium hydroxide, etc. and the other 4th class ammonium compounds of various kinds of can be used, for example. Especially, an organic amine compound is desirable from the point of workability and versatility. The addition of an alkali compound has desirable 0.1 – 5 weight section to the pigment 100 weight section.

[0013] What was mentioned above as a water miscibility organic solvent can be used. The addition of a water miscibility organic solvent has desirable 5 – 30 weight section to the pigment 100 weight section. Moreover, it is desirable to add resin in a process (2). Tg of the resin added is not specified at all and can be chosen from the well-known things used for water color ink and a water paint. The loadings of the resin in a process (2) have the desirable 5 – 200 weight section to the pigment 100 weight section as loadings to a pigment. It is desirable to throw in a solid chip in an aqueous medium as the distributed approach in a process (2) in this invention, and to carry out fixed time amount stirring using dispersers, such as a dissolver, a high speed mixer, and a homogenizer. At this time, it is desirable to apply the temperature of 30 degrees C – 80 degrees C if needed.

[0014] In order to raise the dispersibility of a pigment by the process (1) or (2) in this invention, it is desirable to add an organic-coloring-matter derivative. If an organic-coloring-matter derivative is carried out, there is a compound shown by the following general formula 1 or the following general formula 2.

General formula 1 [0015]

[Formula 1]

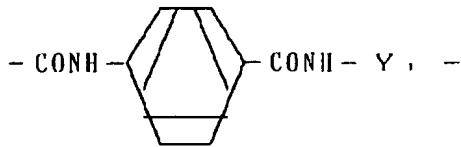
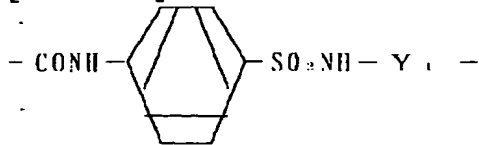


[0016] Organic-coloring-matter residue and X among [type Q Direct coupling, –CONH–Y1–, or –SO₂ NH–Y1– (Y1 has the alkylene group or substituent which may have a substituent, and expresses an arylene radical also with sufficient **), Z is a hydroxyl group or –NH–(CH₂)_m NR one R₂ (the alkyl group and m in which R₁ and R₂ may have a substituent independently, respectively express the integer of 1–6.). n expresses the integer of 1–4.]

[0017] General formula 2 Q–[X–Y]_n [For the inside of a formula, and Q, organic-coloring-matter residue and X are

direct coupling, $-\text{CONH}-\text{Y1}-$, $-\text{SO}_2\text{NH}-\text{Y1}-$, and $-\text{CH}_2\text{NHCOCH}_2\text{NH}-\text{Y1}-$ [0018].

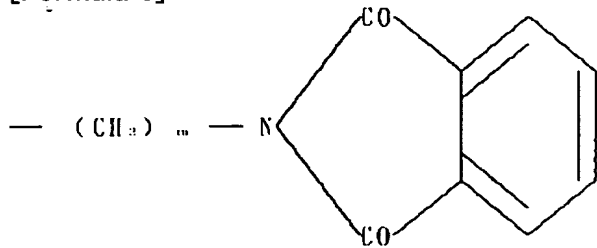
[Formula 2]



[0019] (Y1 expresses the same semantics as the above.)

Y is $-(\text{CH}_2)_m\text{NR}$ one R2 or [0020].

[Formula 3]



[0021] (R1, R2, and m express the same semantics as the above.)

n expresses the same semantics as the above.]

[0022] As organic-coloring-matter residue in the above-mentioned general formula, they are residue, such as phthalocyanine system coloring matter, azo system coloring matter, anthraquinone system coloring matter, Quinacridone system coloring matter, dioxazine system coloring matter, anthra pyrimidine system coloring matter, anthanthrone system coloring matter, indan SURON system coloring matter, flavan SURON system coloring matter, perylene peri non system coloring matter, thioindigo system coloring matter, isoindolinone system coloring matter, and diketo pyrrolo pyrrole system coloring matter.

[0023] Inside of the above-mentioned organic-coloring-matter derivative - The basic organic-coloring-matter derivative which has one R2 NR(s) is desirable. The combination to the pigment of the above-mentioned organic-coloring-matter derivative has desirable 0.5 - 10 weight section to the pigment 100 weight section. Effectiveness is not small desirable if fewer than the 0.5 weight section. Moreover, the effectiveness to have used even if used more mostly than 10 weight sections is not acquired, and it may have an adverse effect on the paint film engine performance.

[0024] Especially as a media mold disperser in the process (3) in this invention, although not limited, it is desirable to use bead mills, such as a sand mill, attritor, and a DCP mill. Moreover, as media, a glass bead, zirconia beads, an alumina bead, etc. can be used.

[0025] In the process (3) of this invention, resin can be added if needed. It is desirable to add the 10 - 1000 weight section by solid content conversion to the pigment 100 weight section out of the well-known thing used for the water color ink mentioned above as resin and a water paint. The 10 - 200 weight section of resin is [as opposed to / when using it as a concentration dispersing element especially / the pigment 100 weight section] desirable at solid content conversion, and when using it as a coating or printing ink, the 100 - 1000 weight section of resin is desirable at solid content conversion to the pigment 100 weight section. To the pigment 100 weight section, if there is less resin than 10 weight sections, it will be hard coming to distribute a pigment, and if [than the 1000 weight sections] more, since coloring is low, it may not be suitable for the activity as a coating or printing ink.

[0026] When using the aquosity resin dispersing element of this invention as a coating or printing ink, curing agent resin, such as melamine resin, a curing catalyst, a surfactant, etc. may be added. Moreover, an additive with conventionally well-known antiseptics, a viscous control agent, etc. may be added if needed.

[0027]

[Example] Hereafter, this invention is explained based on an example. The "weight section" and "% of the weight" are expressed the "section" and "%" among an example, respectively.

Example 1 process (1)

The following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 88% of solid content was obtained.

Pigment (C. I. Pigment Blue 15:1) 10.0 Section Acrylic resin varnish A1 6.0 Section Ion exchange water 0.2
Section Butyl carbitol section 1 acrylic-resin varnish A 0.2 (it consists of 40% [of acrylic resin of Tg20 degree C and acid-number 56 mgKOH/g], and butyl carbitol 30%, and 30% of water.)

Process (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

Solid chip 14.1 Section Dimethylamino ethanol 0.3 Section Butyl carbitol 2.0 Section Ion exchange water 25.0
Section process (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill. Aquosity acrylic resin, melamine resin, and ion exchange water were blended after re-distribution, and the coating (25PHR, an acrylic / melamine solid content ratios 7/3) of aquosity acrylic resin / amino resin system was obtained. Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C. As shown in a table 1, although distributed grain size and paint film gloss were based on this invention, the direction was superior to the example of a comparison.

[0028] Example 2 process (1)

The following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 88% of solid content was obtained. Pigment (C. I. Pigment Blue 15:1) 9.5 Section Organic-coloring-matter derivative A2 0.5 Section Acrylic resin varnish A1 6.0 Section Ion exchange water 0.2 Section Butyl carbitol 0.2 Section 2 organic-coloring-matter derivative ACuPc-SO₂NH(CH₂)₃ N(C₂H₅)₂CuPc; copper-phthalocyanine residue process (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

Solid chip 14.1 Section Dimethylamino ethanol 0.3 Section Butyl carbitol 2.0 Section Ion exchange water 25.0
Section process (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill. Aquosity acrylic resin, melamine resin, and ion exchange water were blended after re-distribution, and the coating (25PHR, an acrylic / melamine solid content ratios 7/3) of aquosity acrylic resin / amino resin system was obtained. Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C. As shown in a table 1, although distributed grain size and paint film gloss were based on this invention, the direction was superior to the example of a comparison.

[0029] The example of comparison 1 following mixture was distributed using the sand mill.

Pigment (C. I. Pigment Blue 15:1) 10.0 Section Acrylic resin varnish A1 6.0 Section Ion exchange water 25.3
Aquosity acrylic resin, melamine resin, and ion exchange water were blended after partial powder, and the coating (25PHR, an acrylic / melamine solid content ratios 7/3) of aquosity acrylic resin / amino resin system was obtained. Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0030] The example of comparison 2 process (1) following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 88% of solid content was obtained. Pigment (C. I. Pigment Blue 15:1) 10.0 Section Acrylic resin varnish B3 6.0 Section Ion exchange water 0.2 Section Butyl carbitol section 3 acrylic-resin varnish B 0.2 (it consists of 40% [of acrylic resin of Tg-10 degree C and acid-number 56 mgKOH/g], and butyl carbitol 30%, and 30% of water.)

Process (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

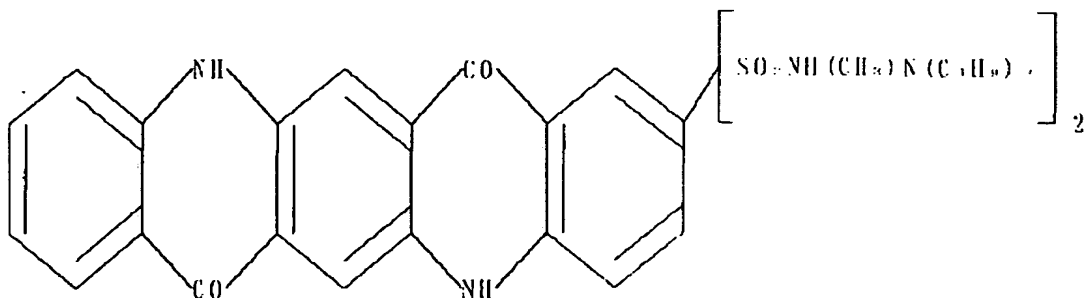
Solid chip 14.1 Section Dimethylamino ethanol 0.3 Section Butyl carbitol 2.0 Section Ion exchange water 25.0
Section process (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill. Aquosity acrylic resin, melamine resin, and ion exchange water were blended after re-distribution, and the coating (25PHR, an acrylic / melamine solid content ratios 7/3) of aquosity acrylic resin / amino resin system was obtained. Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0031] Example 3 process (1)

The following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 91% of solid content was obtained. Pigment (C. I. Pigment Violet 19) 9.7 Section Organic-coloring-matter derivative B4 0.3 Section Acrylic resin varnish A1 8.0 Section Ion exchange water 0.2 Section Butyl carbitol 0.2 Section 3 organic-coloring-matter derivative B [0032]

[Formula 4]



[0033] Process (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

Solid chip 14.5 Section Dimethylamino ethanol 0.3 Section Butyl carbitol 2.2 Section Ion exchange water 25.5

Section process (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill. Aquosity acrylic resin, melamine resin, and ion exchange water were blended after re-distribution, and the coating (25PHR, an acrylic / melamine solid content ratios 7/3) of aquosity acrylic resin / amino resin system was obtained. Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C. As shown in a table 1, although distributed grain size and paint film gloss were based on this invention, the direction was superior to the example of a comparison.

[0034] The example of comparison 3 following mixture was distributed using the sand mill.

Pigment (C. I. Pigment Violet 19) 10.0 Section Acrylic resin varnish A1 8.0 Section Ion exchange water 25.3

Aquosity acrylic resin, melamine resin, and ion exchange water were blended after partial powder, and the coating (25PHR, an acrylic / melamine solid content ratios 7/3) of aquosity acrylic resin / amino resin system was obtained. Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0035] The example 4 process (1) following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 87% of solid content was obtained. A pigment (C. I. Pigment Red 254) 9.5 Section Organic-coloring-matter derivative B3 0.5 Section Acrylic resin varnish A1 10.0 Section Ion exchange water 0.2 Section Butyl carbitol 0.2

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

Solid chip 16.1 Section Dimethylamino ethanol 0.4 Section Butyl carbitol 2.5 Section Ion exchange water 27.0

Section process (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill. Aquosity acrylic resin, melamine resin, and ion exchange water were blended after re-distribution, and the coating (25PHR, an acrylic / melamine solid content ratios 7/3) of aquosity acrylic resin / amino resin system was obtained. Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C. As shown in a table 1, although distributed grain size and paint film gloss were based on this invention, the direction was superior to the example of a comparison.

[0036] The example of comparison 4 following mixture was distributed using the sand mill.

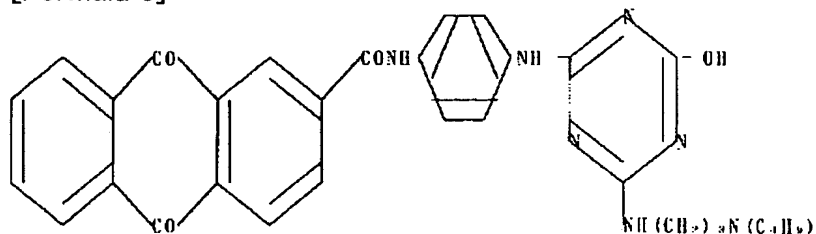
Pigment (C. I. Pigment Red 254) 10.0 Section Acrylic resin varnish A1 10.0 Section Ion exchange water 28.0

Aquosity acrylic resin, melamine resin, and ion exchange water were blended after partial powder, and the coating (25PHR, an acrylic / melamine solid content ratios 7/3) of aquosity acrylic resin / amino resin system was obtained. Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0037] Example 5 process (1)

The following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 93% of solid content was obtained. A pigment (C. I. Pigment Red 177) 9.9 Section Organic-coloring-matter derivative C5 0.1 Section Acrylic resin varnish A1 7.5 Section Ion exchange water 0.2 Section Butyl carbitol 0.2 Section 5 organic-coloring-matter derivative C [0038]

[Formula 5]



[0039] Process (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.
Solid chip 14.0 Section Dimethylamino ethanol 0.2 Section Butyl carbitol 2.0 Section Ion exchange water 30.0
Section process (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill. Aquosity acrylic resin, melamine resin, and ion exchange water were blended after re-distribution, and the coating (25PHR, an acrylic / melamine solid content ratios 7/3) of aquosity acrylic resin / amino resin system was obtained. Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C. As shown in a table 1, although distributed grain size and paint film gloss were based on this invention, the direction was superior to the example of a comparison.

[0040] The example of comparison 5 following mixture was distributed using the sand mill.

Pigment (C. I. Pigment Red 177) 10.0 Section Acrylic resin varnish A1 7.5 Section Ion exchange water 30.0
Aquosity acrylic resin, melamine resin, and ion exchange water were blended after partial powder, and the coating (25PHR, an acrylic / melamine solid content ratios 7/3) of aquosity acrylic resin / amino resin system was obtained. Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0041] The example 6 process (1) following mixture was processed 20 times with 2 rolls, and the solid chip of 86% of solid content was obtained. A pigment (C. I. Pigment Green 36) 9.7 Section Organic-coloring-matter derivative A2 0.3 Section Acrylic resin varnish A1 6.0 Section Ion exchange water 0.2 Section Butyl carbitol 0.2
Section process (2)

The high speed mixer distributed the obtained chip for 60 minutes by the following presentation.

Solid chip 14.4 Section Dimethylamino ethanol 0.2 Section Butyl carbitol 2.5 Section Ion exchange water 28.4
Section process (3)

The above-mentioned distributed object was re-distributed using the sand mill. Aquosity acrylic resin, melamine resin, and ion exchange water were blended after re-distribution, and the coating (25PHR, an acrylic / melamine solid content ratios 7/3) of aquosity acrylic resin / amino resin system was obtained. Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C. As shown in a table 1, although distributed grain size and paint film gloss were based on this invention, the direction was superior to the example of a comparison.

[0042] The example of comparison 6 following mixture was distributed using the sand mill.

Pigment (C. I. Pigment Green 36) 10.0 Section Acrylic resin varnish A1 6.0 Section Ion exchange water 30.0
Aquosity acrylic resin, melamine resin, and ion exchange water were blended after partial powder, and the coating (25PHR, an acrylic / melamine solid content ratios 7/3) of aquosity acrylic resin / amino resin system was obtained. Drawdown of the obtained water paint was carried out on the PET film by the 4-mil film applicator, and it was able to be burned for 30 minutes at 140 degrees C.

[0043]

[A table 1]

例	顔 料	2ロール 処理	2ロール処理時の 樹脂Tg (°C)	化合物 記号	分散粒度D ₅₀ (μm)	光沢 20° 斜 照 (%)
比較例 1	C. I. Pigment Blue 15:1 (フタロシアニン顔料)	なし	---	-	0.50	47.6
比較例 2		あり	-10	-	0.44	53.5
実施例 1		あり	20	-	0.37	68.3
実施例 2		あり	20	a	0.31	77.0
比較例 3	C. I. Pigment Violet 19 (キナクリドン顔料)	なし	---	-	0.68	21.5
実施例 3		あり	20	b	0.41	68.9
比較例 4	C. I. Pigment Red 254 (ジケートピロロピロール 顔料)	なし	---	-	0.59	30.9
実施例 4		あり	20	b	0.40	73.3
比較例 5	C. I. Pigment Red 177 (アントラキノン顔料)	なし	---	-	0.22	72.8
実施例 5		あり	20	c	0.15	103.3
比較例 6	C. I. Pigment Green 36 (フタロシアニン顔料)	なし	---	-	0.54	42.6
実施例 6		あり	20	a	0.24	78.2

分散粒度：日機装製マイクロラックLPA-9340を使用しD₅₀値を測定

光沢：20° 変角光沢値

[0044]

[Effect of the Invention] By this invention, activity fitness, such as non-collectivity and a fluidity, and the clear nature of the color tone of a spreading object, gloss, etc. were able to be remarkably raised in drainage system pigment dispersing elements, such as ink and a coating. The watercolor pigment dispersing element of this invention can be used suitable for ink jet ink and the automobile coating with which detailed-ization of a pigment is demanded.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-80299

(P2000-80299A)

(43) 公開日 平成12年3月21日 (2000.3.21)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 9 B 67/46		C 0 9 B 67/46	Z
			B
67/20		67/20	L

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平10-251704

(22) 出願日 平成10年9月7日 (1998.9.7)

(71) 出願人 000222118

東洋インキ製造株式会社

東京都中央区京橋2丁目3番13号

(72) 発明者 板橋 正志

東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内

(72) 発明者 原 良男

東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内

(54) 【発明の名称】 水性顔料分散体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】油性塗料、油性インキと同様の流動性、貯蔵安定性、皮膜の光沢、鮮明性、着色力等を有する水性顔料分散体の製造方法を提供する。

【解決手段】顔料と、T g 0℃以上の水溶性樹脂又は水分散性樹脂と、必要に応じて水及び／または水混和性有機溶剤とを2本ロールにより混練し、固形チップとする工程(1)、及び該固形チップを水性媒体に分散する工程(2)、及び得られた分散体をメディア型分散機により更に分散する工程(3)を含む水性顔料分散体の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 顔料と、Tg 0℃以上の水溶性樹脂又は水分散性樹脂と、必要に応じて水及び／または水混和性有機溶剤とを2本ロールにより混練し、固形チップとする工程（1）、及び該固形チップを水性媒体に分散する工程（2）とを含むことを特徴とする水性顔料分散体の製造方法。

【請求項2】 工程（2）で得られた分散体をメディア型分散機により更に分散する工程（3）を含む請求項1記載の水性顔料分散体の製造方法。

【請求項3】 樹脂が水溶性アクリル樹脂である請求項1または2記載の水性顔料分散体の製造方法。

【請求項4】 工程（1）又は（2）が、塩基性有機色素誘導体の存在下に行われる請求項1～3いずれか記載の水性顔料分散体の製造方法。

【請求項5】 工程（2）が、アルカリ化合物の存在下に行われる請求項1～4いずれか記載の水性顔料分散体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、水性印刷インキや水性塗料の使用適性を向上させた水性顔料分散体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、資源保護、環境保全、作業の安定性の向上等のニーズの高まりによって塗料ならびにインキの水性化が進行しつつある。水性塗料ならびに水性インキに要求される品質は、油性塗料、油性インキと同様の流動性、貯蔵安定性、皮膜の光沢、鮮明性、着色力等である。しかしながら、大部分の顔料は油性の場合に比べ水性ビヒクルに対する顔料分散性等の適性が著しく劣るため、通常の分散方法では満足な品質は得られない。そこで従来、各種の添加剤、例えば水性用顔料分散樹脂や界面活性剤の使用が検討されてきたが、上記すべての適性を満足し既存の高品質を有する油性塗料または油性インキに匹敵するようなものは得られていない。特に、インクジェットや自動車塗料のような顔料の微細化が要求される分野では、十分満足される品位が得られていない。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、前記の種々の欠点を改良し、油性塗料、油性インキと同様の流動性、貯蔵安定性、皮膜の光沢、鮮明性、着色力等を有する水性顔料分散体の製造方法を提供するものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、顔料と、Tg 0℃以上の水溶性樹脂又は水分散性樹脂と、必要に応じて水及び／または水混和性有機溶剤とを2本ロールにより混練し、固形チップとする工程（1）、及び該固形チップを水性媒体に分散する工程（2）とを含む

むことを特徴とする水性顔料分散体の製造方法に関する。

【0005】更に本発明は、工程（2）で得られた分散体をメディア型分散機により更に分散する工程（3）を含む請求項1記載の水性顔料分散体の製造方法に関する。更に本発明は、樹脂が水溶性アクリル樹脂である請求項1または2記載の水性顔料分散体の製造方法に関する。更に本発明は、工程（1）又は（2）が、塩基性有機色素誘導体の存在下に行われる請求項1～3いずれか記載の水性顔料分散体の製造方法に関する。更に本発明は、工程（2）が、アルカリ化合物の存在下に行われる請求項1～4いずれか記載の水性顔料分散体の製造方法に関する。

【0006】

【発明の実施の形態】以下本発明について詳細に説明する。本発明で使用される顔料としては、例えば、可溶性および不溶性アゾ顔料、縮合アゾ顔料等のアゾ系顔料、フタロシアニン系顔料、キナクリドン系顔料、イソインドリノン系顔料、ペリレン・ペリノン系顔料、ジオキサジン系顔料、アントラキノン系顔料、ジケトピロロピロール系顔料、アンスラピリミジン系顔料、アンサンスロン系顔料、インダンスロン系顔料、フラバンスロン系顔料、チオインジゴ系顔料等の有機顔料、カーボンブラック、酸化チタン、黄鉛、カドミウムエロー、カドミウムレッド、弁柄、鉄黒、亜鉛華、紺青、群青等の無機顔料がある。

【0007】本発明で使用される水溶性樹脂又は水分散性樹脂（以下、総称して単に樹脂という。）としては、例えば、アクリル系共重合体、スチレンーアクリル酸系共重合体、スチレンーマレイン酸系共重合体、アルキド系、エポキシ系、ポリエステル系、ウレタン系、セルロース系等の樹脂がある。特に、作業性の点からアクリル系共重合体の水溶性樹脂が好ましい。

【0008】また、樹脂のTgは0℃以上、好ましくは、0～60℃、より好ましくは15～40℃である。0℃未満だと2本ロール混練分散時に均一なシートを得ることができず、作業性に劣り、品質良好なものを得ることができない。

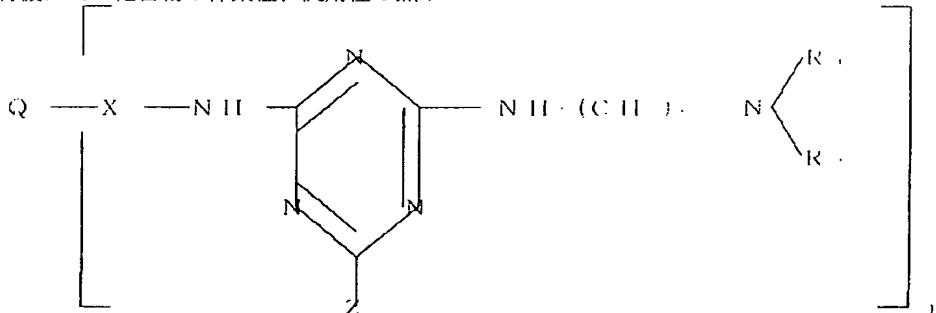
【0009】本発明に使用される水性媒体は、水単独であってもよいが、場合によってはエチルアルコール、イソプロピルアルコール、n-プロピルアルコール、n-ブタノール等のアルコール系溶剤や、エチレングリコールまたはジエチレングリコールのモノまたはジアルキルエーテル等の水混和性有機溶剤を水性媒体中の50重量%まで混和させたものであってもよい。

【0010】本発明において、工程（1）における顔料と樹脂の配合量は、顔料100重量部に対し樹脂が5～100重量部が好ましく、特に10～40重量部が好ましい。上記数値より樹脂の配合量が少ないと顔料を分散させる効果が小さく、作業性も悪いので好ましくなく、

又、上記数値より樹脂の配合量が多くなっても用いた分の効果が得られない。

【0011】本発明では、工程（１）において、水及び／又は水混和性有機溶剤を添加することが好ましい。更に、工程（１）で添加した水及び／又は水混和性有機溶剤は、固形チップ中に残留していることが好ましく、この場合、固形チップの不揮発分は８０～９８重量％が好ましい。固形チップの不揮発分が８０重量％より小さいと２ロール混練時の専断力が不十分なため、塗膜品質が劣るとともに、固形チップ保存時に固着等の問題を起こしやすい。また固形チップの不揮発分が９８％より大きい場合は、工程（２）において固形チップの水性媒体への分散性が劣り、未分散の粗大粒子が塗膜品質の低下を引き起こしやすい。

【0012】本発明における工程（２）で使用される水性媒体としては、水のみでも良いが、アルカリ化合物や水混和性有機溶剤を少量添加すると分散が容易になり好ましい。アルカリ化合物としては、例えば、メチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン、エチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン、２－アミノエタノール、２－ジメチルアミノエタノール、２－ジエチルアミノエタノール等の各種有機アミン化合物、アンモニア、水酸化ナトリウム等に代表される無機塩基性物質、その他、各種の第４級アンモニウム化合物が使用できる。特に、有機アミン化合物が作業性、汎用性の点か



【0016】〔式中、Qは有機色素残基、Xは直接結合、 $-\text{CONH}-\text{Y}_1-$ または $-\text{SO}_2\text{NH}-\text{Y}_1-$ （ Y_1 は置換基を有してもよいアルキレン基または置換基を有してもよいアリーレン基を表す）、Zは水酸基または $-\text{NH}-(\text{CH}_2)_m\text{NR}_1\text{R}_2$ （ R_1 、 R_2 はそれぞれ独立に置換基を有してもよいアルキル基、 m は１～６の整数を表す。）、 n は１～４の整数を表す。〕

【0017】一般式２

$\text{Q}-[\text{X}-\text{Y}]_n$

〔式中、Qは有機色素残基、Xは直接結合、 $-\text{CONH}-\text{Y}_1-$ 、 $-\text{SO}_2\text{NH}-\text{Y}_1-$ 、 $-\text{CH}_2\text{NHCOCH}_2\text{NH}-\text{Y}_1-$ 〕

【0018】

〔化２〕

ら好ましい。アルカリ化合物の添加量は、顔料１００重量部に対し０．１～５重量部が好ましい。

【0013】水混和性有機溶剤としては上述したものが使用できる。水混和性有機溶剤の添加量は、顔料１００重量部に対し５～３０重量部が好ましい。又、工程

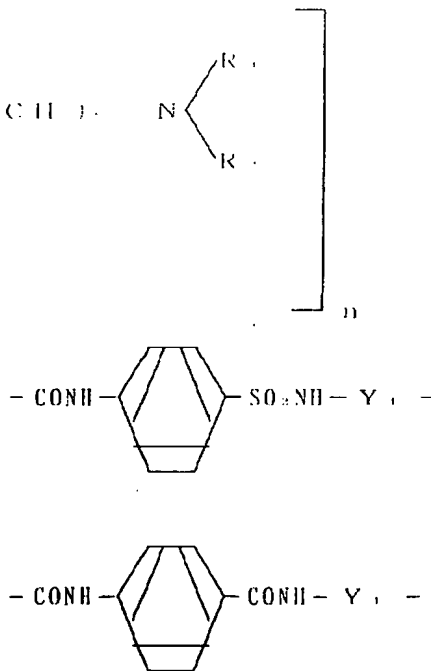
（２）において樹脂を添加することが好ましい。添加される樹脂のTgは何ら規定されるものでなく、水性インキ、水性塗料に使用される公知のものの中から選ぶことができる。工程（２）における樹脂の配合量は、顔料に対する配合量として、顔料１００重量部に対し５～２００重量部が好ましい。本発明において工程（２）における分散方法としては、水性媒体中に固形チップを投入し、ディゾルバー、ハイスピードミキサー、ホモジナイザー等の分散機を用いて一定時間攪拌することが好ましい。この時、必要に応じて３０℃～８０℃の温度をかけることが望ましい。

【0014】本発明において工程（１）または（２）では顔料の分散性を向上させるために、有機色素誘導体を添加することが好ましい。有機色素誘導体としては、下記一般式１または下記一般式２で示される化合物がある。

一般式１

【0015】

〔化１〕

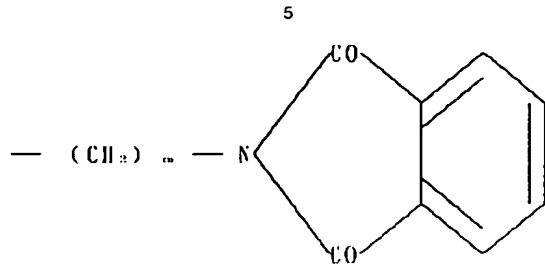


【0019】（ Y_1 は上記と同じ意味を表す。）

Y は $-(\text{CH}_2)_m\text{NR}_1\text{R}_2$ または

【0020】

〔化３〕



【0021】(R₁、R₂、mは上記と同じ意味を表す。)

nは上記と同じ意味を表す。]

【0022】上記一般式中の有機色素残基としては、フタロシアニン系色素、アゾ系色素、アントラキノン系色素、キナクリドン系色素、ジオキサジン系色素、アントラピリミジン系色素、アンサンスロン系色素、インダンスロン系色素、フラバンスロン系色素、ペリレン・ペリノン系色素、チオインジゴ系色素、イソインドリノン系色素、ジケトピロピロール系色素等の残基である。

【0023】上記の有機色素誘導体のうち—NR₁R₂基を有する塩基性有機色素誘導体が好ましい。上記有機色素誘導体の顔料に対する配合は、顔料100重量部に対し0.5～10重量部が好ましい。0.5重量部より少ないと効果が小さく好ましくない。また、10重量部より多く用いても用いた分の効果が得られなく塗膜性能に悪影響を及ぼす可能性がある。

【0024】本発明における工程(3)におけるメディア型分散機としては、特に限定されるものではないが、サンドミル、アトライター、DCPミル等のビーズミルを使用することが好ましい。またメディアとしては、ガ

顔料(C. I. Pigment Blue 15:1)	10.0 部
アクリル樹脂ワニスA ¹⁾	6.0 部
イオン交換水	0.2 部
ブチルカルビトール	0.2 部

1)アクリル樹脂ワニスA (Tg 20℃、酸価56mg KOH/gのアクリル樹脂40%、ブチルカルビトール30%及び水30%からなる。)

固形チップ	14.1 部
ジメチルアミノエタノール	0.3 部
ブチルカルビトール	2.0 部
イオン交換水	25.0 部

工程(3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。再分散後、水性アクリル樹脂、メラミン樹脂、イオン交換水を配合して、水性アクリル樹脂/アミノ樹脂系の塗料(25PHR、アクリル/メラミン固形分比7/3)を得た。得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーションでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼

顔料(C. I. Pigment Blue 15:1)	9.5 部
有機色素誘導体A ²⁾	0.5 部
アクリル樹脂ワニスA ¹⁾	6.0 部
イオン交換水	0.2 部

ラスビーズ、ジルコニアビーズ、アルミナビーズ等が使用できる。

【0025】本発明の工程(3)において樹脂を必要に応じて添加することができる。樹脂としては前述した水性インキ、水性塗料に使用される公知のものの中から、顔料100重量部に対して固形分換算で10～1000重量部を添加することが好ましい。特に、濃縮分散体として使用する場合、顔料100重量部に対して樹脂が固形分換算で10～200重量部が好ましく、塗料または印刷インキとして使用する場合は、顔料100重量部に対して樹脂が固形分換算で100～1000重量部が好ましい。顔料100重量部に対して樹脂が10重量部より少ないと顔料が分散しにくくなり、1000重量部より多いと着色が低いため塗料または印刷インキとしての使用に適さない場合がある。

【0026】本発明の水性樹脂分散体を塗料または印刷インキとして使用する場合には、メラミン樹脂等の硬化剤樹脂や硬化触媒、界面活性剤等を添加しても良い。また必要に応じて防腐剤、粘性制御剤等の従来公知の添加剤を添加してもよい。

【0027】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいて説明する。例中、「部」「%」は、それぞれ「重量部」「重量%」をそれぞれ表す。

実施例1

工程(1)

下記混合物を2本ロールで20回処理し、固形分88%の固形チップを得た。

顔料(C. I. Pigment Blue 15:1)	10.0 部
アクリル樹脂ワニスA ¹⁾	6.0 部
イオン交換水	0.2 部
ブチルカルビトール	0.2 部

工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサーで60分間分散した。

固形チップ	14.1 部
ジメチルアミノエタノール	0.3 部
ブチルカルビトール	2.0 部
イオン交換水	25.0 部

き付けた。表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0028】実施例2

工程(1)

下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分88%の固形チップを得た

7
ブチルカルビトール
2)有機色素誘導体A
 $\text{CuPc-SO}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$
CuPc；銅フタロシアニン残基
固形チップ
ジメチルアミノエタノール
ブチルカルビトール
イオン交換水

工程(3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。再分散後、水性アクリル樹脂、メラミン樹脂、イオン交換水を配合して、水性アクリル樹脂／アミノ樹脂系の塗料(25PHR、アクリル／メラミン固形分比7／3)を得た。得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーター

顔料(C. I. Pigment Blue 15:1)
アクリル樹脂ワニスA¹⁾
イオン交換水

分散後、水性アクリル樹脂、メラミン樹脂、イオン交換水を配合して、水性アクリル樹脂／アミノ樹脂系の塗料(25PHR、アクリル／メラミン固形分比7／3)を得た。得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間

。 顔料(C. I. Pigment Blue 15:1)
アクリル樹脂ワニスB³⁾
イオン交換水
ブチルカルビトール

3)アクリル樹脂ワニスB(Tg-10℃、酸価56mg KOH/gのアクリル樹脂40%、ブチルカルビトール30%及び水30%からなる。)

固形チップ
ジメチルアミノエタノール
ブチルカルビトール
イオン交換水

工程(3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。再分散後、水性アクリル樹脂、メラミン樹脂、イオン交換水を配合して、水性アクリル樹脂／アミノ樹脂系の塗料(25PHR、アクリル／メラミン固形分比7／3)を得た。得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーター

。 顔料(C. I. Pigment Violet 19)
有機色素誘導体B⁴⁾
アクリル樹脂ワニスA¹⁾
イオン交換水
ブチルカルビトール

3)有機色素誘導体B

【0032】

8

0.2 部

工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサーで60分間分散した。

14.1 部
0.3 部
2.0 部
25.0 部

一でPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0029】比較例1

下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

Blue 15:1) 10.0 部
6.0 部
25.3 部

焼き付けた。

【0030】比較例2

20 工程(1)下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分88%の固形チップを得た

Blue 15:1) 10.0 部
6.0 部
0.2 部
0.2 部

工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサーで60分間分散した。

14.1 部
0.3 部
2.0 部
25.0 部

一でPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

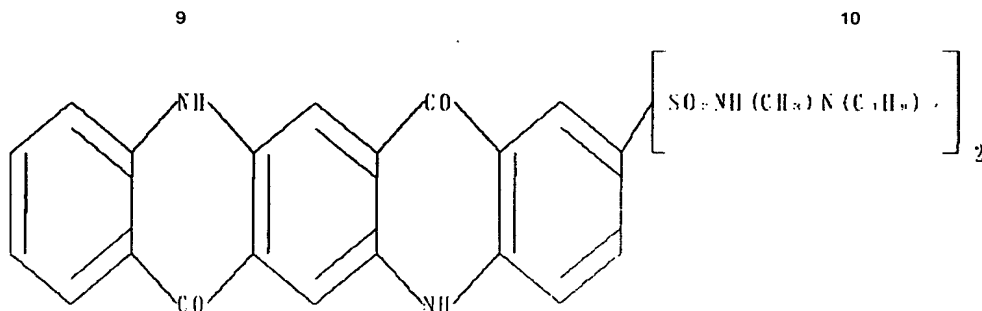
【0031】実施例3

工程(1)

下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分91%の固形チップを得た

9.7 部
0.3 部
8.0 部
0.2 部
0.2 部

【化4】



【0033】工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

固形チップ	14.5	部
ジメチルアミノエタノール	0.3	部
ブチルカルビトール	2.2	部
イオン交換水	25.5	部

工程(3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。再分散後、水性アクリル樹脂、メラミン樹脂、イオン交換水を配合して、水性アクリル樹脂/アミノ樹脂系の塗料(25PHR、アクリル/メラミン固形分比7/3)を得た。得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間

顔料(C. I. Pigment Violet 19)	10.0	部
アクリル樹脂ワニスA ¹⁾	8.0	部
イオン交換水	25.3	部

分散後、水性アクリル樹脂、メラミン樹脂、イオン交換水を配合して、水性アクリル樹脂/アミノ樹脂系の塗料(25PHR、アクリル/メラミン固形分比7/3)を得た。得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間

顔料(C. I. Pigment Red 254)	9.5	部
有機色素誘導体B ³⁾	0.5	部
アクリル樹脂ワニスA ¹⁾	10.0	部
イオン交換水	0.2	部
ブチルカルビトール	0.2	部

工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

固形チップ	16.1	部
ジメチルアミノエタノール	0.4	部
ブチルカルビトール	2.5	部
イオン交換水	27.0	部

工程(3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。再分散後、水性アクリル樹脂、メラミン樹脂、イオン交換水を配合して、水性アクリル樹脂/アミノ樹脂系の塗料(25PHR、アクリル/メラミン固形分比7/3)を得た。得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリーケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間

顔料(C. I. Pigment Red 254)	10.0	部
アクリル樹脂ワニスA ¹⁾	10.0	部
イオン交換水	28.0	部

分散後、水性アクリル樹脂、メラミン樹脂、イオン交換

10 で60分間分散した。

一でPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0034】比較例3

20 下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

焼き付けた。

【0035】実施例4

工程(1)下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分87%の固形チップを得た

で60分間分散した。

一でPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0036】比較例4

下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

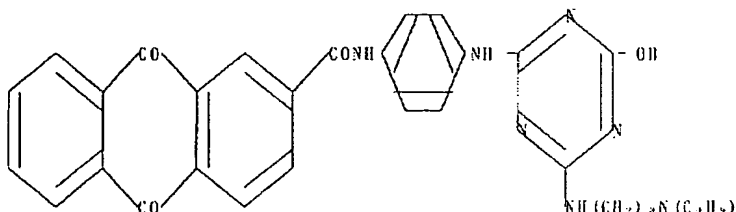
50 水を配合して、水性アクリル樹脂/アミノ樹脂系の塗料

(25PHR、アクリル/メラミン固形分比7/3)を得た。得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

。 顔料 (C. I. Pigment Red 177)	9.9	部
有機色素誘導体C ⁵⁾	0.1	部
アクリル樹脂ワニスA ¹⁾	7.5	部
イオン交換水	0.2	部
ブチルカルビトール	0.2	部

5)有機色素誘導体C
【0038】

10 【化5】



【0039】工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

固形チップ	14.0	部
ジメチルアミノエタノール	0.2	部
ブチルカルビトール	2.0	部
イオン交換水	30.0	部

工程(3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。再分散後、水性アクリル樹脂、メラミン樹脂、イオン交換水を配合して、水性アクリル樹脂/アミノ樹脂系の塗料(25PHR、アクリル/メラミン固形分比7/3)を得た。得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーター

顔料 (C. I. Pigment Red 177)	10.0	部
アクリル樹脂ワニスA ¹⁾	7.5	部
イオン交換水	30.0	部

分散後、水性アクリル樹脂、メラミン樹脂、イオン交換水を配合して、水性アクリル樹脂/アミノ樹脂系の塗料(25PHR、アクリル/メラミン固形分比7/3)を得た。得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間

。 顔料 (C. I. Pigment Green 36)	9.7	部
有機色素誘導体A ²⁾	0.3	部
アクリル樹脂ワニスA ¹⁾	6.0	部
イオン交換水	0.2	部
ブチルカルビトール	0.2	部

工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

固形チップ	14.4	部
ジメチルアミノエタノール	0.2	部
ブチルカルビトール	2.5	部
イオン交換水	28.4	部

工程(3)

50 上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。再分散

【0037】実施例5

工程(1)

下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分93%の固形チップを得た

で60分間分散した。

でPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0040】比較例5

下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

焼き付けた。

【0041】実施例6

工程(1) 下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分86%の固形チップを得た

で60分間分散した。

後、水性アクリル樹脂、メラミン樹脂、イオン交換水を配合して、水性アクリル樹脂／アミノ樹脂系の塗料（25PHR、アクリル／メラミン固形分比7／3）を得た。得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーションでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼

顔料（C. I. Pigment Green 36） 10.0 部
アクリル樹脂ワニスA¹⁾ 6.0 部
イオン交換水 30.0 部

分散後、水性アクリル樹脂、メラミン樹脂、イオン交換水を配合して、水性アクリル樹脂／アミノ樹脂系の塗料（25PHR、アクリル／メラミン固形分比7／3）を得た。得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーションでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間

き付けた。表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0042】比較例6

下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

ターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

【0043】

【表1】

例	顔 料	2ロール 処理	2ロール処理時の 樹脂Tg(℃)	化合物 記号	分散粒度D ₅₀ (μm)	光沢 20°角(%)
比較例1	C. I. Pigment Blue 15:1 (フタロシアニン顔料)	なし	---	-	0.50	47.6
比較例2		あり	-10	-	0.44	53.5
実施例1		あり	20	-	0.37	68.3
実施例2		あり	20	a	0.31	77.0
比較例3	C. I. Pigment Violet 19 (キナクリドン顔料)	なし	---	-	0.68	21.5
実施例3		あり	20	b	0.41	68.9
比較例4	C. I. Pigment Red 254 (ジケトピロロピロール 顔料)	なし	---	-	0.59	30.9
実施例4		あり	20	b	0.40	73.3
比較例5	C. I. Pigment Red 177 (アントラキノン顔料)	なし	---	-	0.22	72.8
実施例5		あり	20	c	0.15	103.3
比較例6	C. I. Pigment Green 36 (フタロシアニン顔料)	なし	---	-	0.54	42.6
実施例6		あり	20	a	0.24	78.2

分散粒度：日機装製マイクロラックUPA-9340を使用しD₅₀値を測定
光沢：20° 変角光沢値

【0044】

【発明の効果】本発明により、インキおよび塗料などの水系顔料分散体において、非集合性、流動性などの使用適性および、塗布物の色調の鮮明性、光沢などを著しく

向上させることができた。本発明の水溶性顔料分散体は、顔料の微細化が要求されるインクジェットインキや自動車塗料に好適に使用できる。